

## Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 08229359  
PUBLICATION DATE : 10-09-96

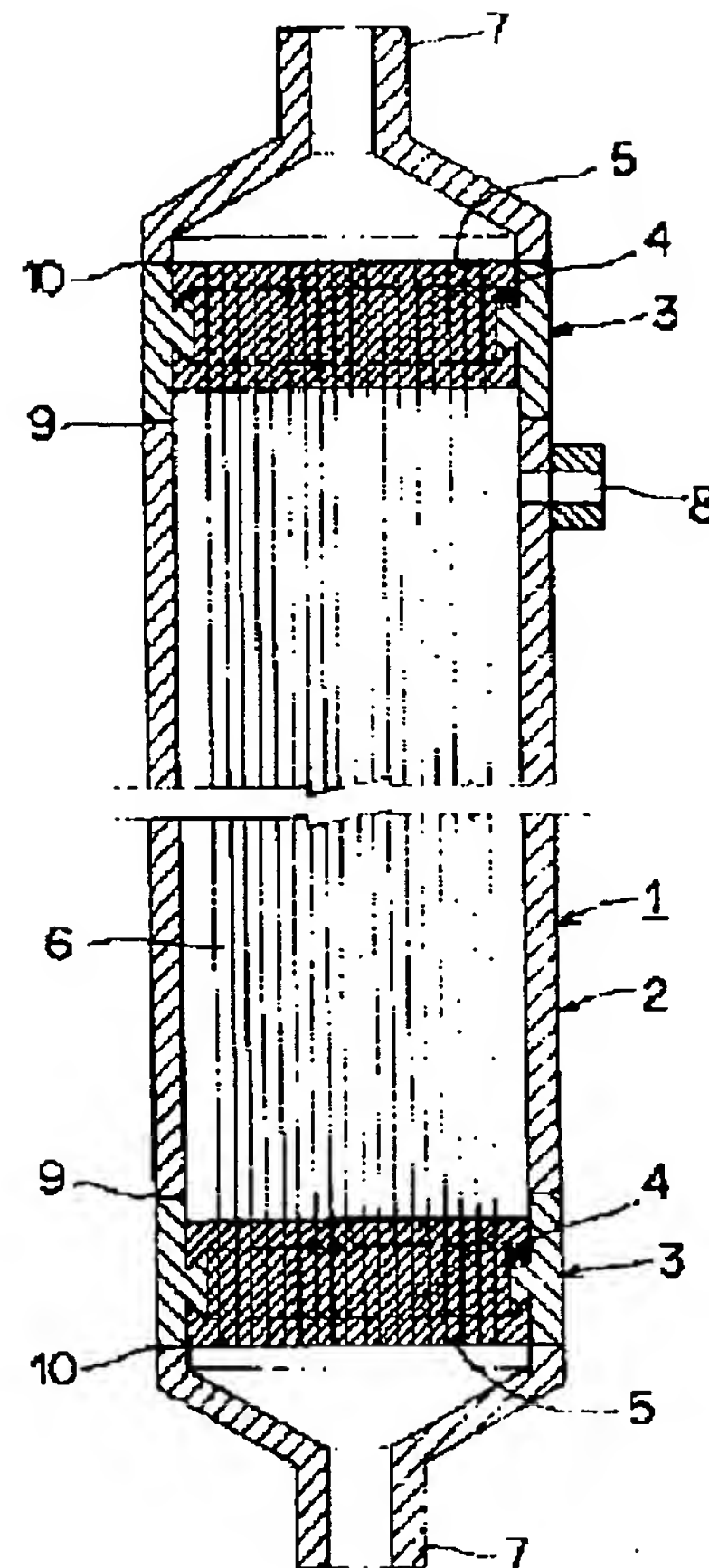
APPLICATION DATE : 28-02-95  
APPLICATION NUMBER : 07040130

APPLICANT : KANEGAFUCHI CHEM IND CO LTD;

INVENTOR : EGUCHI TAMIYUKI;

INT.CL. : B01D 63/02 B01D 63/00

TITLE : PRODUCTION OF HOLLOW-FIBER  
MEMBRANE-TYPE FILTER MODULE



ABSTRACT : PURPOSE: To enhance the bundling and fixing strength of hollow-fiber membranes used in microfiltration, ultrafiltration, dialysis, etc., and to improve the heat resistance by forming a wedge-shaped protrusion on the inner face of the tip of a hollow-fiber membrane container.

CONSTITUTION: A hollow-fiber membrane is set in a synthetic-resin cylindrical container 2, and the membranes are bundled and fixed on one or both ends to constitute a hollow-fiber membrane-type filter module. In this module, a ring 3 having a wedge-shaped protrusion 4 on its inner face is adhered or hot-welded to the one or both ends of the container 2, or the one or both ends of the container are heated to a temp. higher than the heat distortion temp. and then the ring is press-formed. Consequently, a hollow-fiber membrane container 1 provided with a wedge-shaped protrusion on its inner face is used, and the ends of the hollow-fiber membranes 6 are bundled and fixed with a potting material 5 to constitute the module.

COPYRIGHT: (C)1996,JPO

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平8-229359

(43)公開日 平成8年(1996)9月10日

(51)Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B 0 1 D 63/02			B 0 1 D 63/02	
63/00	5 0 0		63/00	5 0 0

審査請求 未請求 請求項の数6 O L (全 6 頁)

(21)出願番号 特願平7-40130

(22)出願日 平成7年(1995)2月28日

(71)出願人 000000941

鐘淵化学工業株式会社

大阪府大阪市北区中之島3丁目2番4号

(72)発明者 江口 民行

兵庫県神戸市北区甲栄台5丁目14-5

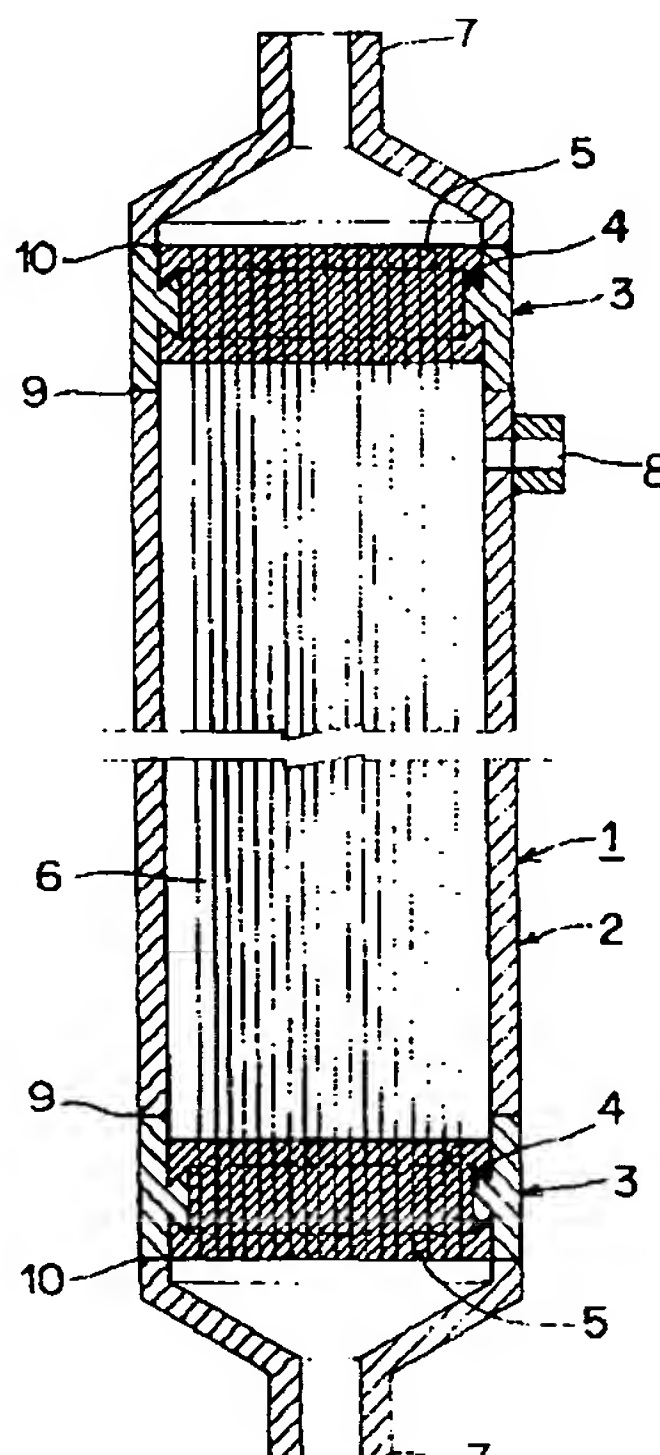
(74)代理人 弁理士 柳野 隆生

(54)【発明の名称】 中空糸膜型ろ過モジュールの製造方法

(57)【要約】

【目的】 精密ろ過、限外ろ過、透析などに用いられ、中空糸膜の収納容器の先端内面にクサビ状の突起を形成することによって中空糸膜の集束固定強度を高めて耐熱性を改良した中空糸膜型ろ過モジュールの製造方法を提供する。

【構成】 合成樹脂製の円筒状収納容器に中空糸膜を収納し、その一端若しくは両端でポッティング材を用いて中空糸膜を集束固定した中空糸膜型ろ過モジュールにおいて、合成樹脂製の円筒容器2の一端若しくは両端に、内面にクサビ状の突起4を有するリング3を接着若しくは熱溶着するか又は円筒容器の一端若しくは両端を熱変形温度以上に加熱してから加圧成型することによって内面にクサビ状の突起を設けた中空糸膜収納容器1を用い、該突起に中空糸膜6の端部をポッティング材5で集束固定してなる。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 合成樹脂製の円筒状収納容器に中空糸膜を収納し、その一端若しくは両端でポッティング材を用いて中空糸膜を集束固定した中空糸膜型ろ過モジュールにおいて、合成樹脂製の円筒容器の一端若しくは両端に、内面にクサビ状の突起を有するリングを接着若しくは熱溶着して内面にクサビ状の突起を設けた中空糸膜収納容器を用い、該突起に中空糸膜の端部をポッティング材で集束固定してなることを特徴とする中空糸膜型ろ過モジュールの製造方法。

【請求項2】 円筒容器及びリングがポリプロピレンからなり、これらを熱溶着した中空糸膜収納容器を用いた請求項1記載の中空糸膜型ろ過モジュールの製造方法。

【請求項3】 円筒容器が多孔円筒である請求項1又は2記載の中空糸膜型ろ過モジュールの製造方法。

【請求項4】 合成樹脂製の円筒状収納容器に中空糸膜を収納し、その一端若しくは両端でポッティング材を用いて中空糸膜を集束固定した中空糸膜型ろ過モジュールにおいて、合成樹脂製の円筒容器の一端若しくは両端を熱変形温度以上に加熱してから加圧成型することによって内面にクサビ状の突起を形成した中空糸膜収納容器を用い、該突起に中空糸膜の端部をポッティング材で集束固定してなることを特徴とする中空糸膜型ろ過モジュールの製造方法。

【請求項5】 円筒容器がポリプロピレンからなり、該円筒容器の端部を加圧成型した中空糸膜収納容器を用いた請求項4記載の中空糸膜型ろ過モジュールの製造方法。

【請求項6】 円筒容器が多孔円筒である請求項4又は5記載の中空糸膜型ろ過モジュールの製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、精密ろ過、限外ろ過、透析などに用いられる中空糸膜型ろ過モジュールの製造方法に関する。更に詳しくは、中空糸膜の収納容器の先端内面にクサビ状の突起を形成することによって中空糸膜の集束固定強度を高めて耐熱性を改良した中空糸膜型ろ過モジュールの製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】中空糸膜の開口端を一箇所に集合して、その収納容器の一端でポッティング材によって集束固定したモジュール、あるいは中空糸膜をその収納容器の両端でポッティング材によって集束固定したモジュールが既に多数製造されている。この収納容器には通常合成樹脂製の円筒状のものが使用されている。

【0003】これらのモジュールに温度の異なる流体を繰り返して流すと、収納容器とポッティング材の膨張あるいは収縮率が異なるために、接着力が乏しいときには、これらの接着面で剥離が生じることがある。この場合、接着力を補う方法として収納円筒容器のポッティン

グ材との接着面に溝を設ける方法（例えば、特開昭53-102878号公報）、あるいはクサビ状の突起を設ける方法（例えば、特開平6-296834号公報）が知られている。接着面に溝を設ける方法では、溝の中に気泡が残りやすいこともあって、溝構造よりもクサビ状突起の方がいわゆるアンカー効果がより発揮される。このような構造の収納容器を用いたモジュールは、蒸気滅菌を繰り返すことにも耐えられる。

【0004】従来、クサビ状突起を収納容器の内面に設ける場合は、射出成型で一体の収納容器として成型されるかあるいは収納容器の内面にリング状のクサビ状突起を接着して形成されている。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】ところが、収納容器が長くなると、射出成型してその端部の内面にクサビ状の突起を形成することは困難である。また、短くても射出成型して両端にクサビ状の突起を形成することは不可能である。したがって、一端のみにクサビ状の突起があり、かつ短いものしか射出成型できない。クサビ状突起を収納容器の内面に接着すれば、このような制限はないが、収納容器の内面が平滑である等の接着に適した構造であることが必要であり、例えば、多孔円筒には適用できない欠点がある。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】上記の欠点は、熱可塑性合成樹脂製の円筒状収納容器の先端を下記のように加工することによって解決される。まず、円筒状収納容器の内面の一端のみにクサビ状突起を形成する場合には、

①内面にクサビ状突起を有するリングと円筒容器を接着若しくは熱溶着して収納容器を形成するか又は②円筒容器の先端を熱変形温度以上に加熱してから加圧成型することによって内面にクサビ状突起を形成した収納容器を成型する。また、円筒状収納容器の内面の両端にクサビ状突起を形成する場合には、③内面にクサビ状突起を有するリングと円筒容器を接着若しくは熱溶着して収納容器を成型する。

【0007】これらのうちでクサビ状突起を有するリングを円筒容器に接着若しくは熱溶着する方法は、円筒容器の長さ、太さ及び面の形状に制限がなく、また、両端に形成することもできるので最も好ましい。

## 【0008】

【作用】本発明は、任意の長さ、太さ及び面形状の熱可塑性合成樹脂製の中空糸膜収納容器に適用でき、本発明の方法で製造された中空糸膜収納容器を用いたモジュールは、中空糸膜の端部がポッティング材によってクサビ状突起に強固に集束固定されるので、蒸気滅菌の繰り返しにも耐える耐熱性を有する。

## 【0009】

【実施例】本発明を添付図面に基づいて具体的に説明する。図1及び図2、図3又は図4は、本発明の方法で製



造されたモジュールの概略説明図である。図5は、クサビ状突起を有するリングの具体例を示す。図6及び図7は、中空糸膜の円筒状収納容器の一端若しくは両端の内面にクサビ状突起を形成するための加工方法を示す概略図であり、図6は、熱溶着による方法、図7は、加熱・加圧成型による方法を示す。

【0010】図1は、被処理流体を中空糸膜の内側に流し、ろ過流体を中空糸膜の内側から外側に流す、いわゆるクロスフロータイプろ過に使用されるモジュールである。1は収納容器、2は円筒容器、3はクサビ状突起を有するリング、5はポッティング材、6は中空糸膜、7は被処理流体の出口又は入口、8は円筒容器2に設けられたろ過流体の出口、9は円筒容器2とリング3の熱溶着部（接合部）、10はリング3と被処理流体の出口又は入口7との熱溶着部である。熱溶着が困難な場合には接着剤を用いて接合することも可能である。この場合には接合部9及び10を図2に示すように凹凸嵌合構造とし、接合面11を形成して接合面積を大きくすることが好ましい。

【0011】図3は、中空糸膜収納容器12として多数の孔13、…を有する円筒容器14の両端に、内面にクサビ状突起4を有するリング15を接着若しくは熱融着して形成したものをを用い、該クサビ状突起4を利用してポッティング材5によって中空糸膜6の両端を集束固定した構造のモジュールを、流体の出口又は入口16と入口又は出口17を有するハウジング18にOリング19を介して密封装着したものであり、クロスフローだけでなく、中空糸膜の外側から内側へろ過するいわゆる全ろ過タイプとしても使える。尚、前記収納容器12とリング15とは、前記同様に接合部9で互いに接着若しくは熱融着している。

【0012】前記円筒容器2あるいは多孔円筒容器14及びクサビ状突起4を有するリング3あるいはリング15は、熱可塑性合成樹脂で成型したものである。例えば、熱溶着に適した材料としては、ポリエチレン、ポリプロピレン、アクリロニトリル・スチレン共重合体（AS樹脂）、ポリカーボネートなどがあり、接着が好ましい材料としては、ポリ塩化ビニル、塩素化ポリ塩化ビニル、ポリスルホン、ポリ弗化ビニリデンなどがある。熱溶着は、接着に比べて溶剤の溶出の心配がなく、好ましい方法であるために更に詳しく説明する。

【0013】前記の円筒容器2の両端に、図6に示す加工方法を用いてリングを熱溶着する。円筒容器2又は14と、切削加工あるいは射出成型で成型されたリング3又は15を、ヒーター100に接触させ、これらの熔融温度以上に加熱したのちヒーター100から外し、熔融温度以下になる前に加熱面同士を押しつけながら熱変形温度以下になるまで保持する。同じ方法で円筒容器2又は14の両端にクサビ状突起4を有するリング3又は15が熱融着されて、両端内面にクサビ状突起4を設けた

収納容器1又は12が形成される。例えば、これらの材質としてポリプロピレンを使用する場合、表面温度が250～280℃のヒーター100に円筒容器2又は14とリング3又は15を、5～10秒間接触させ、各々の先端を熔融させてから、熔融温度以下になる前に各々の加熱面同士を押しつけながら熱変形温度以下、例えば100℃以下になるまで保持する。材質が異なる場合も適切な熔融温度を選択することによって同様にして加工することができる。

【0014】図4は、収納容器20として、図3に示したものと同様な多数の孔21、…を有する円筒容器22の一端に、内面にクサビ状突起4を有するリング23を接合部9で熱融着して形成したものをを用い、中央でU字状に屈曲した中空糸膜24を一端でポッティング材5で集束固定したモジュールであり、中空糸膜の外側から内側へろ過する全ろ過タイプとして使用される。ハウジング（図示せず）と液密状に接続するためのOリング25を有するろ過流体の出口26は、リング23と接合部10で熱溶着して接続されている。尚、前記円筒容器22の他端は開放されており、孔21とともに流体の入口となる。

【0015】この場合は、円筒容器22の一端のみにクサビ状突起4を有するリング23を形成するので、その加工方法として前記の熱溶着だけでなく、加熱・加圧成型あるいはインサート成型して形成させることもできる。

【0016】図7は、円筒容器27の一端内面にクサビ状突起4を加熱・加圧成型して加工するときの方法を示す。図7（a）のステップ1で先端に型抜きを可能にした片半分のクサビ型101を設けた右コアー102と他方の片半分のクサビ型103を設けた左コアー104を挿入した多孔円筒容器27がヒーターを内蔵する開閉できるメス型105に装着される。尚、図中28は多数の孔である。次いで図7（b）のステップ2で、ヒーターで円筒容器27の加工部分を熱変形温度以上、例えば円筒容器がポリプロピレンの場合には、170～250℃に加熱しながらコアー102と104のクサビ型に軟化した円筒容器の先端が充填するように円筒容器を押し込む。最後に熱変形温度以下に冷却してからメス型105を開き左右のコアー104、102を抜いて先端にクサビ状突起4を有する多孔収納容器29が形成される。

【0017】図5は、クサビ状突起4を有するリング3の破断面斜視図であり、ポッティング材を充填する際にクサビ面に気泡が残らないようにするための空気の抜け穴30（図5（a））又は切欠31（図5（b））を形成している。尚、前記抜け穴30又は切欠31は、円筒容器とクサビ状突起を有するリングとを別々に成型して互いに接着若しくは熱融着する場合又は円筒容器の一端にクサビ状突起を加熱・加圧成型する場合の何れの場合にも、成型時に一体形成することも又は後加工の穿孔、

切削によって形成することも可能である。

【0018】先端内面にクサビ状突起を形成した収納容器の先端に公知の方法によって中空糸膜が集束固定される。ポッティング材にはエポキシ樹脂あるいはウレタン樹脂が通常使用される。繰り返して蒸気滅菌に耐えるためにはこれらのポッティング材は使用温度の範囲で数十  $\text{kg}/\text{cm}^2$  の最大引っ張り強度とおよそ10%以上の破断時の伸びが必要である。このようなポッティング材の例として、脂環式多価アミンに末端がアミノ化されたアクリロニトリル-ブタジエン共重合体オリゴマーを柔軟性付与剤として加えた硬化剤を用いたビスフェノールA系エポキシ樹脂が、あるいは、NCO含量が13重量%以上のポリイソシアネートとOH価が700  $\text{mg}-\text{KOH}/\text{g}$  以上のポリエーテルからなるウレタン樹脂が挙げられる。

【0019】クサビ状突起の接着面を予め臨界面張力が40  $\text{dyn}/\text{cm}$  以上になるようにコロナ放電処理すればポッティング材との接着力が向上し、更に好ましい。

【0020】本発明に使用する中空糸膜を制限する理由はないが、耐熱性を有するポリスルホン、ポリエーテルスルホン、芳香族系ポリアミド、芳香族系ポリイミド、セルローズ、酢酸セルローズ、ポリフッ化ビニリデン、テトラフルオロエチレンなどの含フッ素系ポリマー、ポリプロピレンなどからなる中空糸膜が特に好ましい。

【0021】（実施例1）ろ過液出口8を有する外径89mm、内径77mm、長さ約1mの塩素化ポリ塩化ビニル製のパイプ2（円筒容器2）の両端に、塩素化ポリ塩化ビニルを切削して作成した、突起の高さが3mm、クサビの角度が45度、帯状部分の幅が10mmのクサビ状突起4を有する外径89mm、内径77mm、全長25mmのリング3を市販の接着剤（積水化学工業（株）製、耐熱接着剤、No. 100）を用いて接着した。リング3の内面をコロナ放電処理したのち、この収納容器1にポリスルホン製の中空糸膜6を充填して両端を、NCO含量が15重量%のポリオール変性4、4-ジフェニルメタンジイソシアネートと少量のエチレンジアミンのポリプロピレンオキサイド変性ポリオールを加えたOH価が820  $\text{mg}-\text{KOH}/\text{g}$  のトリメチロールプロパン系ポリエーテルポリオールからなるウレタン樹脂でポッティング部分の長さが約20mmになるように集束固定した。次いで塩素化ポリ塩化ビニルを切削して作成した被処理流体の出入口7をリング3の両端に前記の接着剤で接着した。

【0022】図1に示すこのモジュールは、約90℃の熱水と約20℃の冷水を交互に30分間づつ流すヒートサイクルテストを100回繰り返してもポッティング材5とリング3の間で剥離が発生せず、漏れは生じなかった。

【0023】（比較例1）リング3を接合しないでパイ

プ2をそのまま使用した以外、実施例1と同様にしてモジュールを作成したが、1回のヒートサイクルテストでポッティング材5がパイプ2から剥離した。

【0024】（実施例2）図4に示すように、太さ約3mmの縦糸30本と太さ約3mmの帯状横糸が約3mm角の矩形孔21を形成するように互いに熱溶着した外径70mm、長さ約70cmのポリプロピレン製押出成型多孔パイプ22（円筒容器22）の一端に、ポリプロピレンを射出成型した、突起の高さが3mm、クサビの角度が45度、帯状部分の幅が10mmのクサビ状突起4を有する外径70mm、内径63mm、長さ20mmのリング23を、図6に示す方法で、表面温度が270℃のヒーター100に各々同時に10秒間接触させてから熱溶着した。リング23の内面をコロナ放電処理したのちポリスルホン製中空糸膜24を充填し、実施例1と同じポッティング材5でポッティング部分の長さが約15mmになるように集束固定した。次いで、ポリプロピレンを射出成型したろ過液出口26をリング23に上記と同様にして熱溶着した。

【0025】このモジュールは、121℃、60分間のオートクレーブ処理と約20℃の水に30分間浸すヒートサイクルテストを50回繰り返してもリング23とポッティング材5の間で剥離が発生せず、漏れは生じなかった。

【0026】（実施例3）図3に示すように、実施例2で使用したのと同じ、長さ約1mの押出成型多孔パイプ14（円筒容器14）の両端に、ポリプロピレンを射出成型した、突起の高さが3mm、クサビの角度が45度、帯状部分の幅が15mmのクサビ状突起4を有し、外周部にOリング19用の溝を設けた外径72mm、内径63mm、長さ20mmのリング15を実施例2と同様にして熱溶着した。リング15の内面をコロナ放電処理したのちポリスルホン製中空糸膜6を充填し、実施例1と同じポッティング材5でポッティング部分の長さが約20mmになるように集束固定した。このモジュールにOリング19を装填し、外径76mm、内径72mmのステンレススチール製サニタリーパイプからなるハウジング18に装着した。図3に示すこのモジュールは、実施例1と同様に100回のヒートサイクルテストに耐えた。

【0027】

【発明の効果】本発明の方法によって一端で集束固定したものだけでなく両端を集束固定したもの及び大型のものでも、中空糸膜を収納容器の端部に集束固定するポッティング材とリング又は収納容器との接着強度が高く、ヒートサイクルが繰り返されても剥離しない、耐熱性に優れた中空糸膜ろ過モジュールが得られる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の方法で製造され、中空糸膜の両端を収納容器に集束固定したモジュールの概略断面図である。

【図2】図1に示したモジュールの変形例を示す概略断面図である。

【図3】本発明の方法で製造され、中空糸膜の両端を集束固定した収納容器をＯリングを介してハウジング内に液密状に内装したモジュールの概略断面図である。

【図4】本発明の方法で製造され、中空糸膜の一端を収納容器に集束固定したモジュールの概略断面図である。

【図5】クサビ状突起を有するリングを示す部分斜視図である。

【図6】円筒容器とリングの熱溶着方法を示す説明図である。

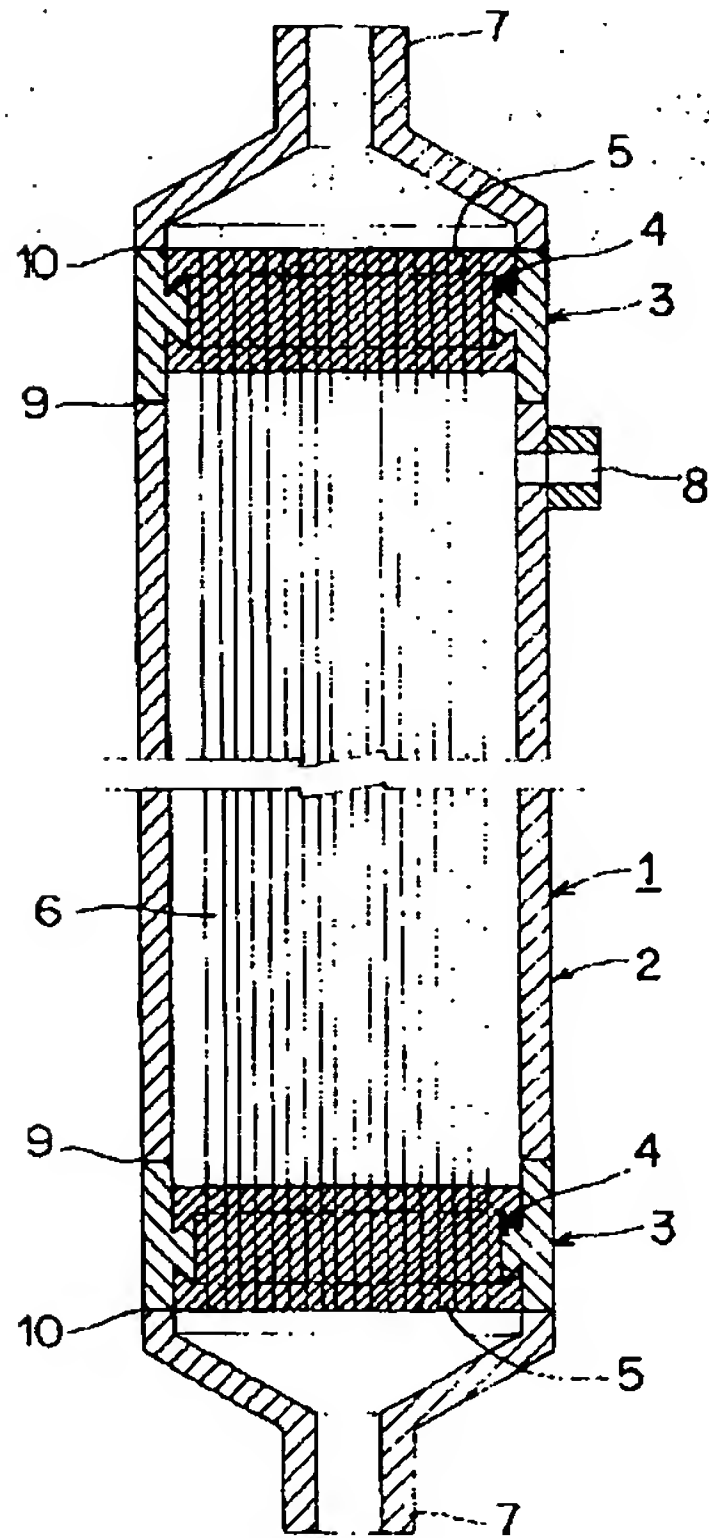
【図7】円筒容器の先端を加熱・加圧成型してクサビ状突起を形成するための方法を示す説明図である。

【符号の説明】

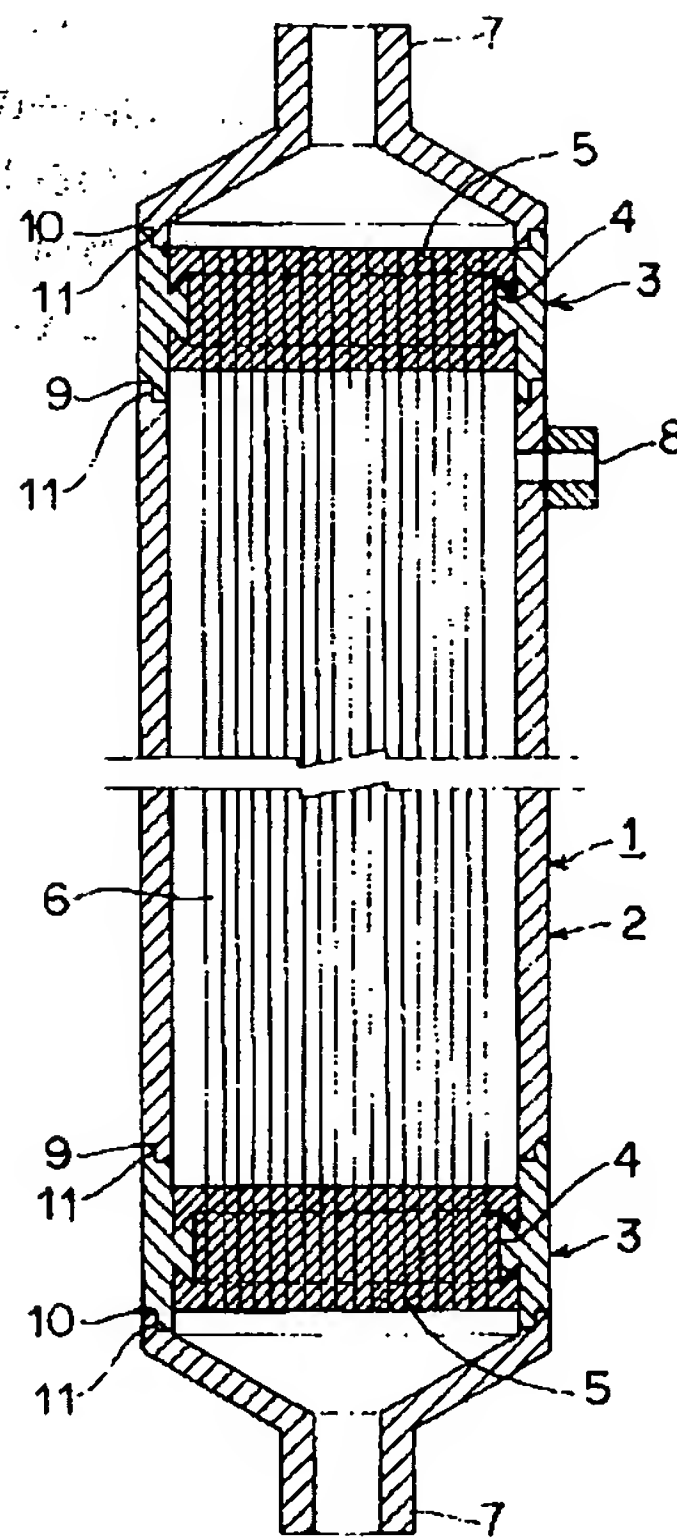
1, 12, 20, 29 収納容器  
2, 14, 22, 27 円筒容器  
3, 15, 23 リング

4 クサビ状突起  
5 ポッティング材  
6, 24 中空糸膜  
7 被処理流体の出入口  
8 ろ過流体の出口  
9 接合部（熱溶着部）  
10 接合部（熱溶着部）  
11 接合面  
13, 21, 28 孔  
16 出口又は入口  
17 入口又は出口  
18 ハウジング  
19 Ｏリング  
25 Ｏリング  
26 出口  
30 抜け穴  
31 切欠

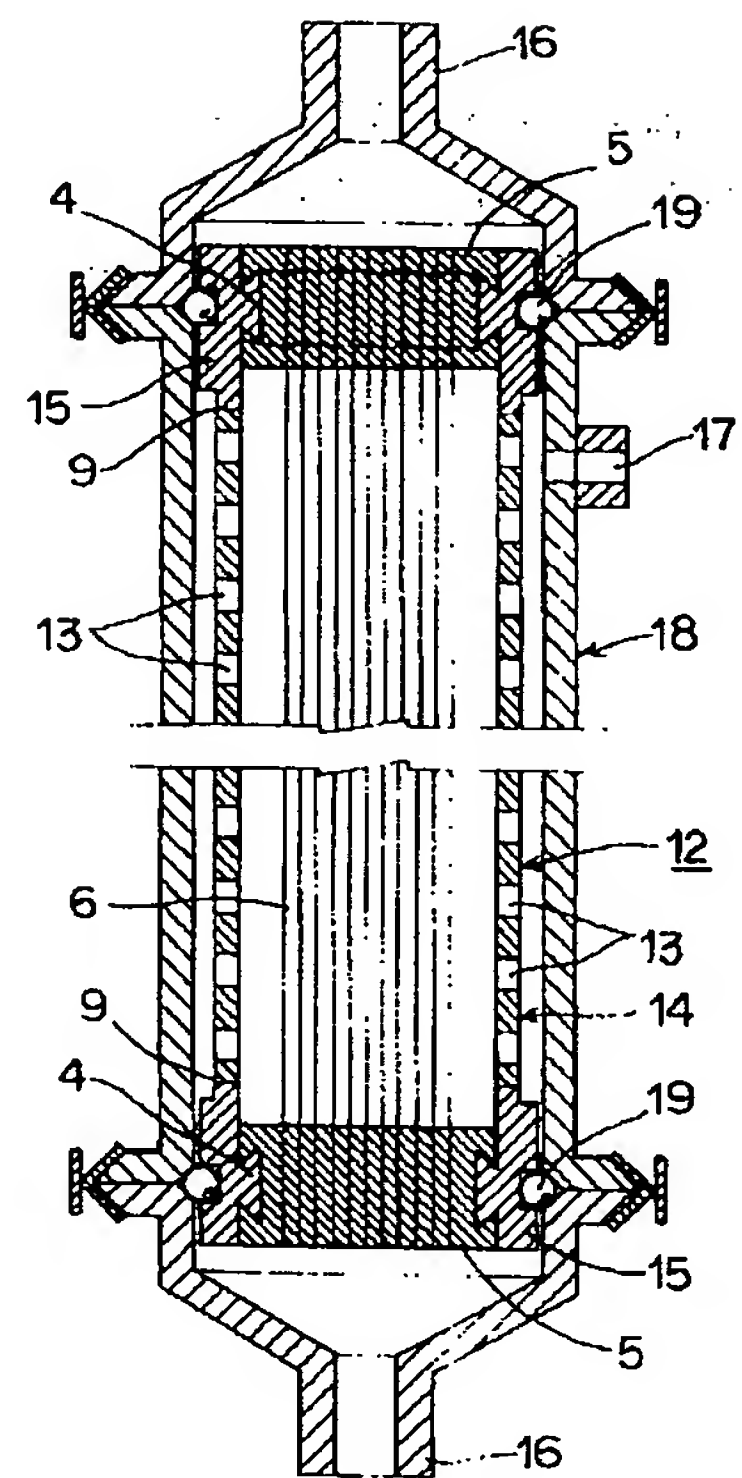
【図1】



【図2】

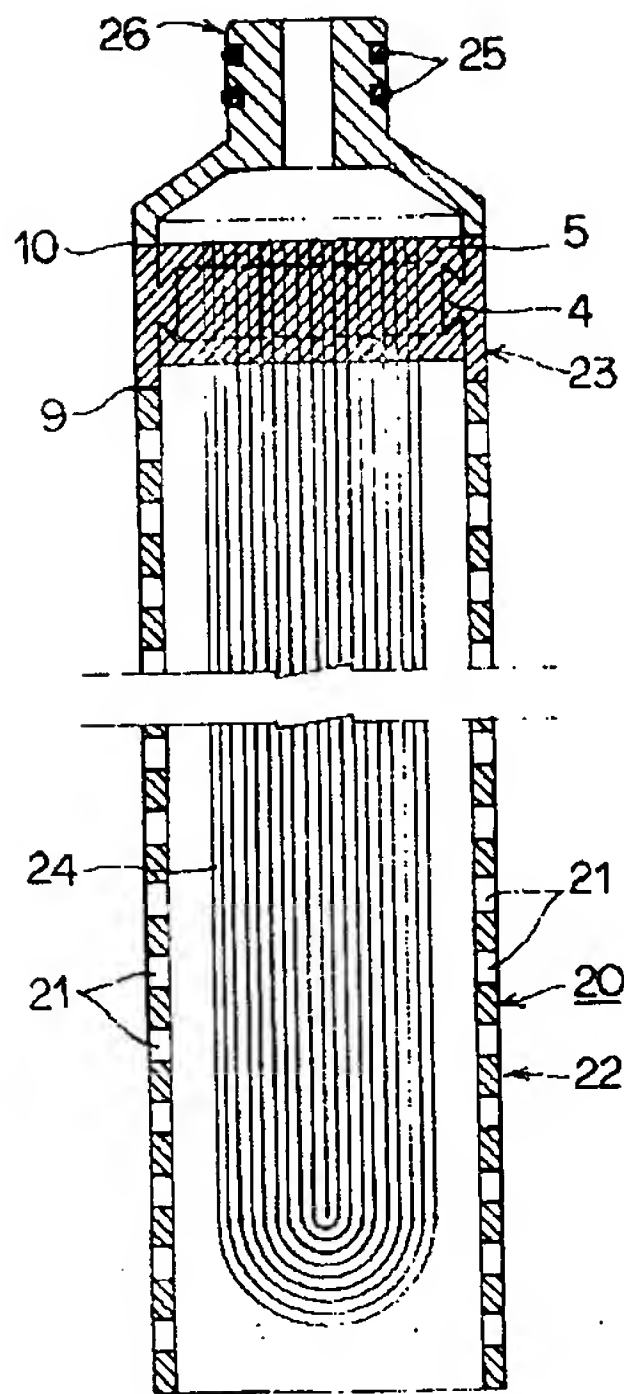


【図3】

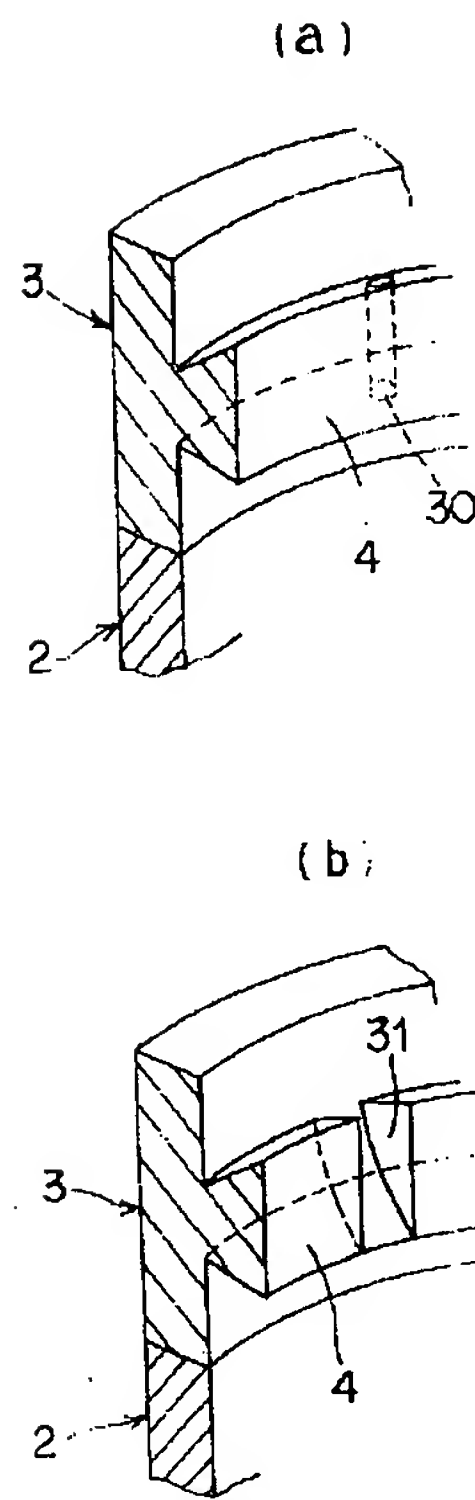




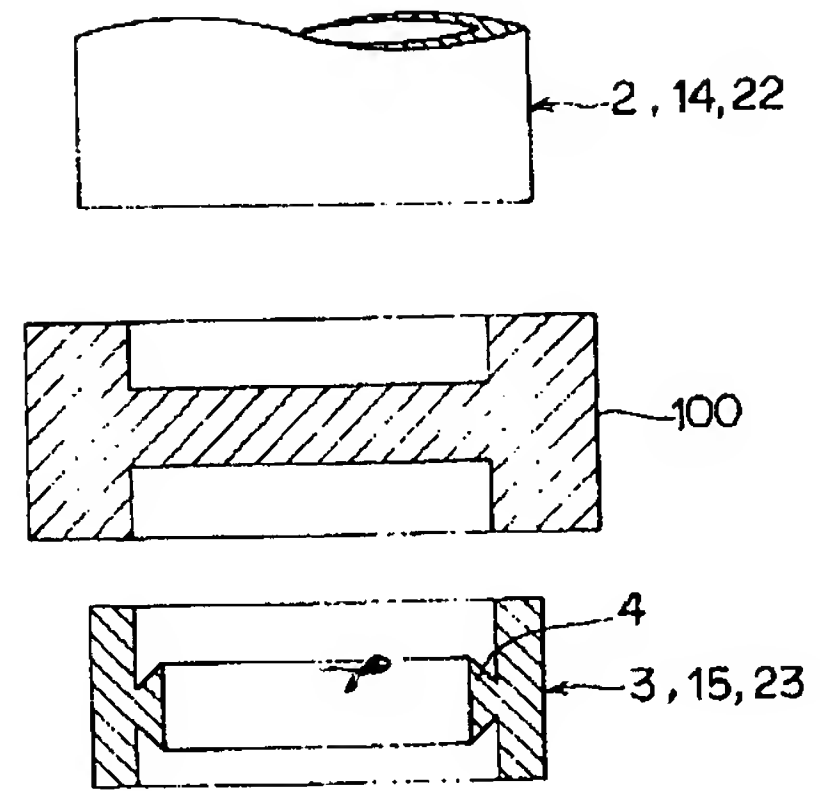
【図4】



【図5】



【図6】



【図7】

